

538,501

Rec'd PCT/PTC 09 JUN 2005

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2004 年 7 月 15 日 (15.07.2004)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/059022 A1(51) 国際特許分類: C22C 38/00,
38/34, 38/60, C21D 9/46, H01F 1/16

(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/016229

(22) 国際出願日: 2003 年 12 月 18 日 (18.12.2003)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2002-371942
2002 年 12 月 24 日 (24.12.2002) JP(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): J F E
スチール株式会社 (JFE STEEL CORPORATION)
[JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田区 内幸町二丁目
2 番 3 号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 大村 健
(OMURA, Takeshi) [JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田
区内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチール株式会社 知
的財産部内 Tokyo (JP). 河野 雅昭 (KOHNO, Masaaki)[JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田区 内幸町二丁目
2 番 3 号 J F E スチール株式会社 知的財産部内
Tokyo (JP). 河野 正樹 (KAWANO, Masaki) [JP/JP]; 〒
100-0011 東京都千代田区 内幸町二丁目 2 番 3 号
J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).(74) 代理人: 落合 憲一郎 (OCHIAI, Kenichiro); 〒100-0011
東京都千代田区 内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチ
ール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): CA, CN, KR, US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY,
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

規則 4.17 に規定する申立て:

— すべての指定国のための先の出願に基づく優先権を
主張する出願人の資格に関する申立て (規則 4.17(iii))

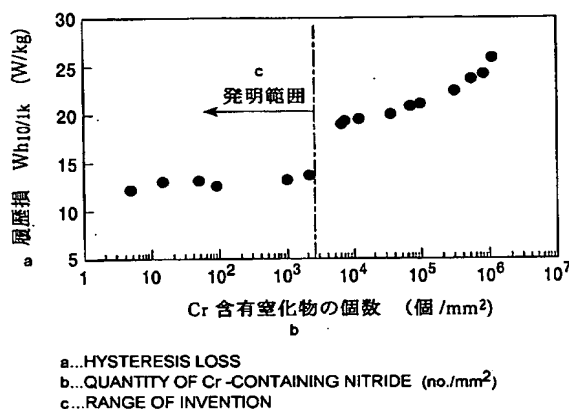
添付公開書類:

— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される
各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: Fe-Cr-Si NON-ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET AND PROCESS FOR PRODUCING THE SAME

(54) 発明の名称: Fe-Cr-Si 系無方向性電磁鋼板およびその製造方法



(57) Abstract: An Fe-Cr-Si non-oriented electromagnetic steel sheet comprising 2.5 to 10 mass% of Si, 1.5 to 20 mass% of Cr, 0.006 mass% or less of C, 0.002 mass% or less of N, 0.005 mass% or less of S, 0.005 mass% or less of Ti and 0.005 mass% or less of Nb, optionally together with 0.1 to 2 mass% of Al and either or both of Sb and Sn provided that the amount of each of Sb and Sn is in the range of 0.005 to 1 mass%, with the balance composed of Fe and unavoidable impurities. The electric resistance of steel is $60 \mu \Omega \text{ cm}$ or higher, and the quantity of Cr-containing nitride lying in the interior of steel sheet is 2500 or less per mm^2 . Thus, there is provided a non-oriented electromagnetic steel sheet that excels in magnetic properties in high-frequency region, especially region of 1 kHz or higher frequency, through advantageous resolution of the problem that high electrical resistance realized by high Si and high Cr contents is not fully utilized in

high-frequency region of 10 kHz or below.

[続葉有]

WO 2004/059022 A1



(57) 要約:

Fe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板において、Si:2.5~10mass%、Cr:1.5~20mass%、C:0.006mass%以下、N:0.002mass%以下、S:0.005mass%以下、Ti:0.005mass%以下およびNb:0.005mass%以下を含有せしめるとともに、必要に応じて、Al:0.1~2mass%や、SbおよびSnのいずれか1種または2種を、それぞれSb:0.005~1mass%およびSn:0.005~1mass%の範囲で含有せしめ、残部をFeおよび不可避的不純物とし、鋼の電気抵抗が $60\mu\Omega\text{cm}$ 以上、鋼板内部のCr含有窒化物の存在個数が 1mm^2 当たり2500個以下とすることにより、高Si並びに高Cr含有によって得られる高い電気抵抗が10kHz以下の高周波域では十分に活用されていない問題を有利に解決し、高周波域、特に1kHz以上の周波数域で磁気特性に優れた無方向性電磁鋼板を提供する。

- 1 -

明 細 書

Fe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板およびその製造方法

技術分野

この発明は、電気自動車用モータ、マイクロガスタービン用発電機および高周波リアクトル等の鉄心に用いて好適な高周波用Fe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板に関するものである。ここで、数100Hz以上、とくに約400Hz以上の周波数域を「高周波数域」ということとするが、本発明はとくに1kHz以上の高周波数域で優れた磁気特性を有する鋼板に関するものである。

背景技術

近年、従来よりも高い周波数域で使用される機器、例えば電気自動車用モータ、マイクロガスタービン、高周波リアクトルなどの使用が増加し、高周波数域での磁気特性に優れた電磁鋼板が要求されている。これらの機器は、数百Hz～数十kHzの高周波数域で使用される。

従来これらの用途には、鋼にSiを添加して鉄損を改善した（すなわち鉄損を低減した）Fe-Si系無方向性電磁鋼板が用いられている。無方向性電磁鋼板は、一般に目的の板厚まで冷間圧延で加工された後、仕上げ焼鈍にて再結晶されて、所望の電磁特性等を得る。

しかし、従来のFe-Si系高周波用無方向性電磁鋼板は、鋼中のSi含有量が3.5 mass%以下で鋼の電気抵抗が低く、特に1kHz以上の高周波域では鉄損が大きくなる不利がある。このため、近年の社会のニーズに対応するためには、新たな高周波数域対応の電磁鋼板の開発が必須である。

さて、上記高周波数域での鉄損の改善には、鋼の電気抵抗を高めて渦電流損を改善することがとくに有効であるとされている。鋼の電気抵抗を高める手段としては、鋼中のSiやAlの含有量を増加させる手法をとるのが一般的である。しかし、Si量が3.5 mass%を超えると、鋼が極めて硬くなって脆くなり加工性が劣化するため、通常の圧延による製造、加工が困難になってしまう。また、従来のFe-Si系鋼板においては、例えばSi量が5.0 mass%を超える場合には、冷間加工は勿論のこと、温間加工も不可

- 2 -

能になってしまう。

ここで、鋼中にCrやAl等を添加し、高Si量とせずに鋼の電気抵抗を高めるための技術が、特許文献1に記載されている。しかしながら、特許文献1に記載された技術は、従来の高周波用途の電磁鋼板と同様に、使用周波数域として1kHz未満を想定したものである。そのため1kHz以上の領域では十分な高周波磁気特性が得られず、近年求められている約400Hz～約50kHzに対応した高周波用無方向性電磁鋼板として満足な効果を有するものではない。なお、特許文献1におけるSi含有量は、通常の珪素鋼板の含有量を超えるものではなく、むしろSi量が1.5%程度の低Si系鋼板を主な対象としている。

これに対して、出願人は、Crを添加することにより、比較的高Siの鋼であっても脆性が改善され、高い電気抵抗と加工性とを両立させ得ることを見出した。そして、出願人は、先に特許文献2、特許文献3、特許文献4等において、Crを1.5～20mass%、Siを2.5～10mass%それぞれ含有する、高周波磁気特性に優れたFe-Cr-Si系電磁鋼板を提案した。

〔特許文献1〕：特開平11-229095号公報

〔特許文献2〕：特開平11-343544号公報

〔特許文献3〕：特開2001-262289号公報

〔特許文献4〕：特開2001-279326号公報

発明の開示

〔発明が解決しようとする課題〕

特許文献2、特許文献3等に記載された鋼板は、10kHz以上の周波数域では高い電気抵抗に応じた優れた鉄損を示す。一方、10kHz未満の高周波域でもこれらの鋼板は従来の電磁鋼板よりも良好な鉄損を示すが、高Si、高Cr含有による高い電気抵抗に合う良好な鉄損が得られないということが新たに分かった。このため、これらの鋼板にはさらなる改善の余地がある。

そこで、この発明の目的は、高Si並びに高Cr含有によって得られる高い電気抵抗が

10kHz未満の高周波域では、鉄損に十分に反映されていない問題を有利に解決し、高周波域、特に1kHz以上の周波数域で磁気特性に優れたFe—Cr—Si系無方向性電磁鋼板を提供することにある。

〔課題を解決するための手段〕

発明者らは、上記の問題について研究を重ねた結果、一般的に高周波数域における鉄損では渦電流損の割合が大であるが、Fe—Cr—Si系電磁鋼板では履歴損の影響が比較的大きいことを見出した。そして、高い電気抵抗による渦電流損の低減が高周波磁気特性に十分に生かされなかったのは、この履歴損の劣化が原因であることが判明した。そして、良好な履歴損を得るためには、鋼板内部のCr含有窒化物 (nitride including chromium) の存在割合の制御が必要であることを解明した。この発明は、上記の知見に基づくものである。

この発明の要旨構成は、次の通りである。

(1) Si : 2.5 ~ 10mass%、Cr : 1.5 ~ 20mass%、C : 0.006mass%以下、N : 0.002mass%以下、S : 0.005mass%以下、Ti : 0.005mass%以下およびNb : 0.005mass%以下を含有し、残部がFeおよび不可避的不純物からなり、鋼の電気抵抗が $60 \mu \Omega \text{ cm}$ 以上、鋼板内部における 1 mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数が2500個以下である、高周波磁気特性に優れたFe—Cr—Si系無方向性電磁鋼板。

(2) Si : 2.5 ~ 10mass%、Cr : 1.5 ~ 20mass%、C : 0.006mass%以下、N : 0.002mass%以下、S : 0.005mass%以下、Ti : 0.005mass%以下およびNb : 0.005mass%以下を含み、さらにSbおよびSnのいずれか1種または2種を、それぞれSb : 0.04超 ~ 1mass%およびSn : 0.06超 ~ 1mass%の範囲で含有し、残部がFeおよび不可避的不純物からなり、鋼の電気抵抗が $60 \mu \Omega \text{ cm}$ 以上、鋼板内部における 1 mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数が2500個以下である、高周波磁気特性に優れたFe—Cr—Si系無方向性電磁鋼板。

(3) Si : 2.5 ~ 10mass%、Cr : 1.5 ~ 20mass%、Al : 0.1 ~ 2mass%、C : 0.006mass%以下、N : 0.004mass%以下、S : 0.005mass%以下、Ti : 0.005mass%以下およびNb :

0.005mass%以下を含有し、残部がFeおよび不可避免的な不純物からなり、鋼の電気抵抗が $60\mu\Omega\text{cm}$ 以上、鋼板内部における 1mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数が2500個以下である、高周波磁気特性に優れたFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板。

(4) Si:2.5~10mass%、Cr:1.5~20mass%、Al:0.1~2mass%、C:0.006mass%以下、N:0.004mass%以下、S:0.005mass%以下、Ti:0.005mass%以下およびNb:0.005mass%以下を含み、さらにSbおよびSnのいずれか1種または2種を、それぞれSb:0.005~1mass%およびSn:0.005~1mass%の範囲で含有し、残部がFeおよび不可避免的な不純物からなり、鋼の電気抵抗が $60\mu\Omega\text{cm}$ 以上、鋼板内部における 1mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数が2500個以下である、高周波磁気特性に優れたFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板。

(5) 上記(1)~(4)のいずれかの発明において、さらにMn:1mass%以下およびP:1mass%以下のいずれか1種又は2種を含有する、高周波磁気特性に優れたFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板。

(6) Si:2.5~10mass%、Cr:1.5~20mass%の範囲で含有する溶鋼を鋳込み、冷間圧延(温間圧延を含む、以下同様)を含む圧延工程を施し、その後仕上げ焼鈍を施す無方向性電磁鋼板の製造方法であって、前記仕上げ焼鈍における雰囲気中の窒化ガス(nitriding gas)の含有量を、窒素ガス換算した全体積比で30%未満に抑制する高周波磁気特性に優れたFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板の製造方法。

ここで窒化ガスの窒化への寄与は、次のようにして窒素ガス相当の全体積比に換算する。各窒化ガスの化学組成から窒素Nの存在割合を原子数比率で求める。この比率に、各窒化ガスの体積割合を乗じ、その総和をとる。

なお、上記の発明(6)、あるいは後述の発明(7)~(9)においては、上記の「冷間圧延を含む圧延工程」が、

鋳込まれた鋼スラブを熱間圧延する工程、

得られた熱延板に必要な応じて焼鈍(熱延板焼鈍という)を施す工程、

その後、熱延板あるいは焼鈍された熱延板に、1回の冷間圧延を施すか、または焼

鈍（中間焼鈍という）を挟む2回以上の冷間圧延を施す工程、
の各工程を含むことが好ましい。

(7) Si : 2.5~10mass%、Cr : 1.5~20mass%を含有し、さらにSbおよびSnのいずれか1種または2種を、それぞれSb : 0.04超~1mass%およびSn : 0.06超~1mass%の範囲で含有する溶鋼を鋳込み、冷間圧延を含む圧延工程を施し、その後仕上げ焼鈍を施す無方向性電磁鋼板の製造方法であって、前記仕上げ焼鈍における雰囲気中の窒化ガスの含有量を、窒素ガス換算した全体積比で95%未満に抑制するFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板の製造方法。

(8) Si : 2.5~10mass%、Cr : 1.5~20mass%を含有し、さらにAl : 0.1~2mass%を含有する溶鋼を鋳込み、冷間圧延を含む圧延工程を施し、その後仕上げ焼鈍を施す無方向性電磁鋼板の製造方法であって、前記仕上げ焼鈍における雰囲気中の窒化ガスの含有量を、窒素ガス換算した全体積比で95%未満に抑制するFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板の製造方法。

(9) Si : 2.5~10mass%、Cr : 1.5~20mass%を含有し、さらにAl : 0.1~2mass%を含有し、さらにSbおよびSnのいずれか1種または2種類を、それぞれSb : 0.005~1mass%およびSn : 0.005~1mass%の範囲で含有する溶鋼を鋳込み、冷間圧延を含む圧延工程を施し、その後仕上げ焼鈍を施す無方向性電磁鋼板の製造方法であって、前記仕上げ焼鈍における雰囲気中の窒化ガスの含有量を、窒素ガス換算した全体積比で95%未満に抑制するFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板の製造方法。

図面の簡単な説明

図1は、Fe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板の鋼板内部におけるCr含有窒化物の微細析出を示す断面SEM写真である。

図2は、鋼中のCr含有量を横軸とし、仕上げ焼鈍時の窒化量および履歴損を縦軸としてこれらの関係の一例を示したグラフである。

図3Aは、この発明に従う電磁鋼板（Sb添加）を仕上げ焼鈍した後の鋼板内部を示す断面SEM写真である。

- 6 -

図 3 B は、この発明に従う電磁鋼板 (Sb 添加) を仕上げ焼鈍した後の鋼板表面近傍を示す断面 SEM 写真である。

図 4 A は、この発明に従う他の電磁鋼板 (Al 添加) を仕上げ焼鈍した後の鋼板内部を示す断面 SEM 写真である。

図 4 B は、この発明に従う他の電磁鋼板 (Al 添加) を仕上げ焼鈍した後の鋼板表面近傍を示す断面 SEM 写真である。

図 5 は、種々の鋼板について、鋼板内部における Cr 含有窒化物の個数 (横軸) と履歴損 (縦軸) との関係を示すグラフである。

発明を実施するための最良の形態

まず、本発明に到った実験結果について説明する。発明者らは、Fe—Cr—Si 系電磁鋼板の履歴損の劣化原因について検討した。

表 1 に示す成分系の鋼 1 ～ 8 に、常法により熱間および冷間圧延を施して 0.25mm 厚とし、仕上げ焼鈍を施した。

なお、仕上げ焼鈍条件は、焼鈍雰囲気を窒素 + 水素雰囲気 (体積比で $N_2 : H_2 = 70 : 30$) とし、焼鈍温度を 980 °C とした。

表 1

鋼記 号	成 分 組 成 (重量基準)											
	C (ppm)	Si (%)	Mn (%)	P (ppm)	S (ppm)	Al (%)	N (ppm)	O (ppm)	Sb (%)	Ti (%)	Nb (%)	Cr (%)
1	10	3.01	0.01	20	10	0.005	17	12	≤0.001	≤0.001	≤0.001	1.04
2	16	3.1	0.02	20	10	0.005	13	19	≤0.001	≤0.001	≤0.001	1.49
3	19	3.05	0.01	20	10	0.005	15	15	≤0.001	≤0.001	≤0.001	2.1
4	20	2.95	0.01	20	10	0.005	14	16	≤0.001	≤0.001	≤0.001	2.55
5	16	3.06	0.01	10	10	0.005	10	15	≤0.001	≤0.001	≤0.001	3.01
6	11	3.04	0.01	10	15	0.005	9	15	≤0.001	≤0.001	≤0.001	3.55
7	20	2.98	0.02	10	15	0.005	16	18	≤0.001	≤0.001	≤0.001	4.1
8	18	3.1	0.02	10	15	0.005	15	13	≤0.001	≤0.001	≤0.001	4.49
9	18	2.9	0.01	20	7	0.005	18	11	0.09	≤0.001	≤0.001	2.51
10	16	3.06	0.01	10	10	0.005	7	15	0.045	≤0.001	≤0.001	3.46
11	21	2.99	0.01	10	10	0.55	22	18	≤0.001	≤0.001	≤0.001	3.0
12	19	3.3	0.02	15	7	0.35	17	16	0.02	≤0.001	≤0.001	3.1

その結果、上記鋼1～8に上記条件で仕上げ焼鈍を施すことによって製造した鋼板はいずれも、鋼中に直径が数百nm程度の微細なCr含有窒化物が観察された。一例として、鋼5を用い上記条件で仕上げ焼鈍を行うことによって製造した鋼板の内部を走査型電子顕微鏡（SEM）で撮影したときの断面SEM写真を図1に示す。なお、Cr含有窒化物は、主に、CrN、Cr₂Nや、Cr(C, N)等の炭窒化物から成ると思われる。

次に、Cr含有量を1.0～4.5 mass%の範囲で種々に変化させたこれらの鋼に上記条件で仕上げ焼鈍を施し、仕上げ焼鈍時の窒化量（仕上げ焼鈍前後の含有窒素量の差）および履歴損を測定した。図2は、鋼中のCr含有量を横軸とし、仕上げ焼鈍時の窒化量（鋼板全体）および履歴損を縦軸としてこれらの関係を示したグラフである。なお、図2において、棒グラフが窒化量であり、折れ線グラフが履歴損である。

図2の結果から、鋼中のCr含有量が多いほど、仕上げ焼鈍時の窒化量は多くなり、それに伴って履歴損が劣化しているのがわかる。

以上の結果より、鋼中のCrは、仕上げ焼鈍時に窒化されてCr含有窒化物として析出しやすく、このCr含有窒化物の析出が履歴損を劣化させているものと考えられる。

そこで、仕上げ焼鈍中のCr含有窒化物の析出を抑制する手段について検討を行った。その結果、Arガス雰囲気などの窒化が起らない雰囲気中で焼鈍を行なうことにより、Cr含有窒化物の析出を抑制できることを見出した。また、窒化抑制元素であるSb、Snおよび／または窒化物生成元素であるAlを鋼材素材に添加するとともに、これらのSb、Sn、Al添加量に合わせて窒素分圧を調整した雰囲気中で焼鈍を行なうことによっても、Cr含有窒化物の析出を有効に抑制できることを見出した。その一例を以下に示す。

まず、Fe—Cr—Si系合金組成を有し、さらにSb：0.045mass%を含有する、表1の鋼10について、前記した製造方法と同一条件で冷延鋼板とし、2条件の雰囲気（体積比で窒素：水素＝70：30および95：5）にて仕上げ焼鈍を施した。

図3Aは窒素：水素＝70：30の雰囲気中で仕上げ焼鈍を施した鋼板内部の断面SEM写真であり、図3Bは鋼板表層の断面SEM写真である。観察条件は図1と同様である。図3Aおよび図3Bより鋼板部2におけるCr含有窒化物の析出がSbの添加により

抑制されていることが分かる。なお、図中の1は表面保護のためのCu箔である。

しかし、窒素：水素＝95：5の雰囲気で仕上げ焼鈍したものについては、Cr含有窒化物が粒界に相当数観察された。すなわち、窒素：水素＝95：5の雰囲気で焼鈍しても、Sb添加によるCr含有窒化物析出抑制効果は確認できたが、析出抑制効果が不十分であった。

次に、Fe-Cr-Si系合金組成を有し、さらにAl：0.55mass%を含有する、表1の鋼11について、同様に2条件の雰囲気（窒素：水素＝70：30および95：5）で仕上げ焼鈍を施した。他の製造条件は前記した製造方法と同一条件とした。

図4Aは窒素：水素＝70：30の雰囲気で仕上げ焼鈍を施した鋼板内部の断面SEM写真であり、図4Bは鋼板表層のSEM写真である。図4Bより、鋼板の最表層にAlN層3が形成され、また、表層から5 μ m程度までの深さの領域にもAlN4の析出が見られる。そして、その結果、図4Aに見られるように、鋼板内部におけるCr含有窒化物の析出が抑制されていることが分かる。

しかし、窒素：水素＝95：5の仕上げ焼鈍雰囲気においては、Cr含有窒化物は粒界に存在しており、析出抑制効果が不十分であることが確認された。

さらに、SbやAlを含有しない表1の鋼4および鋼6を同様の工程条件で冷延鋼板とし、Arガスのみの雰囲気で焼鈍した。この場合も、鋼の窒化が抑制されてCr含有窒化物の析出が抑制されていることが確かめられた。

なお、SbとAlを複合添加した場合（表1の鋼12）、同様の調査により、SbまたはAlの単独添加よりも、それぞれ少量の添加で単独添加鋼と同様のCr含有窒化物の析出抑制効果があることが確かめられた。

さらに、Snを添加したFe-Cr-Si系合金鋼を準備して同様の調査を行なった結果、SnにもSbと同様の窒化抑制効果があることが確かめられた。

表2に、鋼1～12のいずれかを用いて製造された無方向性電磁鋼板について、鋼板内部における1mm²当たりのCr含有窒化物の個数、焼鈍後の窒化量（鋼板全体）および履歴損を測定した結果を示す。ここで、仕上げ焼鈍の雰囲気および温度は表2に示す条件とし、その他の製造条件は図1等の鋼板の製造条件と同じであった。

なお、鋼板内部における 1mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数は、下記の方法により測定した。

鋼板を板厚方向に切った断面をSEM (1000倍～10000倍) にて複数視野観察し、トータルを観察領域が $1\text{mm} \times 1\text{mm}$ となるようにした。上記観察領域内のCr含有窒化物の個数を数え、上記 1mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数とした。ここで、観察された析出物がCr含有窒化物か否かは、EDX分析により確認した。なお、鋼板の最表層から $5\mu\text{m}$ までの領域は表・裏面とも除外し、残りを鋼板内部と定義した。

観察は、圧延方向に沿って切った断面（いわゆる圧延方向断面）について行なったが、切断方向による観察個数の差はとくに認められなかった。

表 2

鋼 記 号	板厚 (mm)	仕上げ焼鈍条件		窒化 量 (ppm)	履歴損 $Wh_{10/1k}$ (W/kg)	Cr含有窒化 物の個数 (個/ mm^2)
		焼鈍雰囲気 (体積比)	焼鈍温度 ($^{\circ}\text{C}$)			
1	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	18	19.7	1.2×10^4
2	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	22	20.2	3.5×10^4
3	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	26	20.9	7.0×10^4
4	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	33	21.3	1×10^5
	0.25	Ar	980	-7	12.5	< 100
5	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	35	22.5	3.1×10^5
6	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	38	23.7	5.5×10^5
	0.25	Ar	980	-3	13.3	< 100
7	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	44	24.2	8×10^5
8	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	45	25.8	1.1×10^6
9	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	2	13.9	2000
10	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	0	13.4	1000
	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 95 : 5$	980	13	19.2	6500
11	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	34	12.9	< 100
	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 95 : 5$	980	31	19.5	7500
12	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	4	13.4	< 100

また、図5に鋼板内部におけるCr含有窒化物の個数と履歴損との関係を示した。窒化物の個数と履歴損の関係をみると、良好な履歴損を得るためには、鋼板内部のCr含有窒化物の存在割合が 1 mm^2 当たり2500個以下に抑制しなければならないことが判明した。この発明は、上記の知見に基づくものである。

この発明に従う無方向性電磁鋼板は、次の特徴を有するものである。

(a) Crを添加することによって高Si鋼の脆性が改善され、従来は製造が困難であった、高Si鋼の製造が可能になり、より高い電気抵抗が得られる。

(b) Crは脆性改善のみではなく、電気抵抗を高めるのにも有効な元素であり、SiとCrとの複合添加でより効率的に高い電気抵抗を得ることが可能になった。

(c) C、N、S、TiおよびNbなどの不純物濃度を十分に低減することにより、Cr添加による脆性改善効果が得られるとともに、析出物による履歴損劣化を防止できる。

(d) Arガス雰囲気などの窒化が起こらない雰囲気中でCr-Si添加鋼を焼鈍することで、窒化を抑制し、Cr含有窒化物の析出量を $2500\text{個}/\text{mm}^2$ 以下に制御することができ、Cr含有窒化物による履歴損劣化を防止できる。

(e) Fe-Cr-Si系電磁鋼板に窒化抑制元素であるSbおよび/またはSnを添加するとともに、Sb、Snの添加量に合わせて窒化ガスの含有量を調整することにより、焼鈍中の窒化を抑制し、Cr含有窒化物の析出量を $2500\text{個}/\text{mm}^2$ 以下に制御することができ、Cr含有窒化物による履歴損劣化を防止できる。

(f) Fe-Cr-Si系電磁鋼板に窒化物生成元素であるAlを添加するとともに、Alの添加量に合わせて窒化ガスの含有量を調整することにより、焼鈍中の内部窒化を抑制し、Cr含有窒化物の析出量を $2500\text{個}/\text{mm}^2$ 以下に制御することができ、Cr含有窒化物による履歴損劣化を防止できる。

(g) Fe-Cr-Si系電磁鋼板に窒化抑制元素であるSbおよび/またはSnおよび窒化物生成元素であるAlを複合添加する場合は、Sb、SnまたはAlの単独添加時よりもそれぞれ少量の添加で単独添加鋼と同様に焼鈍中の窒化を抑制でき、さらに窒化ガスの含有量を適宜調節することによりCr含有窒化物の析出量を $2500\text{個}/\text{mm}^2$ 以下に制御することができ、Cr含有窒化物による履歴損劣化を防止できる。

以下、この発明を詳細に説明する。

まず、この発明の無方向性電磁鋼板における成分組成範囲の限定理由について説明する。

Si : 約2.5 ~ 約10mass%

Siは、鋼の電気抵抗を上昇させる主要元素である。さらに、Crとの相乗効果によって電気抵抗を大幅に上昇させ、特に高周波数域での鉄損を改善するのに有効な成分である。Si量が約2.5 mass%未満では、Crを併用したとしても従来の電磁鋼板程度の電気抵抗しか得られず、このため良好な高周波域鉄損は得られない。一方、約10 mass%を超えると、Crを含有させても通常圧延可能な靱性を確保できないため、Si含有量は約2.5 ~ 約10mass%と規定する。上限値は10.0mass%であってもよい。

なお、より好ましい範囲は約2.5~約5.0%である。さらに好ましい領域は、約3.5~約5.0%である。

Cr : 約1.5 ~ 約20mass%

Crは、Siとの相乗効果によって鋼の固有抵抗を大幅に向上させ、更には耐食性を向上させる基本的な合金成分である。その効果を得るためには約1.5mass%以上の添加が必要である。

Crはさらに、約3.5 mass%以上のSi含有量の場合、または約3 mass%以上のSi含有量でかつ約0.5 mass%を超えるAl含有量の場合であっても、通常の圧延可能な程度の靱性を得るのに極めて有効な元素である。その効果は約1.5mass%以上でも得られるが、約2mass%以上のCr添加がさらに好ましい。なお、Si量やAl量が上記の場合よりも少ない場合でもCrの添加により加工性は改善される。一方、約20 mass%を超えると靱性向上効果が飽和するとともに、コスト上昇を招くため、Cr含有量は約1.5 ~ 約20 mass%と規定する。上限値は20.0mass%であってもよい。

なお、より好ましい範囲は約1.5~約5.0%である。

Sb : 0.04超~約1 mass%およびSn : 0.06超~約1 mass%のいずれか1種または2種 (鋼中にAlを0.1mass%以上添加しない場合)、

Sb : 約0.005~約1 mass%およびSn : 約0.005~約1 mass%のいずれか1種または2種 (鋼中にAlを0.1mass%以上添加する場合)

SnおよびSbは、いずれも窒化を抑制する効果があるため、これらの成分を加えた鋼

であれば、SnやSbを加えない鋼に比べて、仕上げ焼鈍時の窒素ガスの割合が高くても、Cr含有窒化物の析出を有効に抑制することができる。このように焼鈍時の窒化によるCr含有窒化物の析出を抑制し、履歴損劣化を防止できるため、Fe-Cr-Si系電磁鋼板におけるSnおよび／またはSbの添加は、従来の電磁鋼板の場合よりも鉄損改善効果は大きい。従って、この発明では、鋼中にAlを添加しない成分系をもつ電磁鋼板の場合（すなわちAl含有量が0.1mass%未満である場合）には、SbおよびSnのいずれか1種または2種を、それぞれ0.04超～約1mass%および0.06超～約1mass%の範囲で添加することができる。すなわち、Sn、Sbがいずれも1mass%を超えると、上記効果が飽和するばかりでなく、コスト上昇を招くことから、1mass%を上限とし、また、前述した効果を十分に得るため、SbおよびSnの含有量の下限は、それぞれ0.04mass%超および0.06mass%超とする。なお、Sb、Snとも含有量の上限値を1.0mass%としてもよい。

一方、Snおよび／またはSbに併せてAlを複合添加する場合（すなわちAl含有量を0.1mass%以上とする場合）は、SbおよびSnのいずれか1種または2種を、それぞれSb：約0.005～約1mass%およびSn：約0.005～約1mass%の範囲で添加させることができる。SnおよびSbが約1mass%を超えると効果が飽和し、コスト上昇もまねくことから、約1mass%を上限とする。なお上限値は1.0mass%としてもよい。

下限はAlとの複合添加による相乗効果により、約0.005mass%以上の含有で前述したものと同様な効果が生じる。下限値は0.0050mass%としてもよい。

なお、Sn、Sbは窒化抑制効果に加えて集合組織改善効果もあることから、鋼板の磁気特性向上にさらに寄与する。このような目的での添加は特許文献3や特許文献4でも禁じてはいないが、窒化抑制に最適化した適用量や方法を示唆するものではなかった。

なお、Alを複合添加する場合、より好ましい範囲はSb、Snとも約0.005～約0.05%である。

Al：約0.1～約2mass%

Alは、Crよりも強力な窒化物生成元素であり、焼鈍中に鋼板表層より侵入する窒素と鋼板表層で結びつき、鋼板最表層にAlN層を形成するとともに、さらに最表層直下の表層近傍においてもAlNを析出する。これにより鋼板内部への浸窒が防止され、そ

の結果、鋼板内部での窒化によるCr含有窒化物の析出を抑制することができるので、必要に応じて鋼中に添加することができる。従来の電磁鋼板では、鋼板表層のAlN析出は磁気特性を劣化させるので抑制する必要があるとされていた。しかしながら、Fe—Cr—Si系電磁鋼板に関しては、このAlN析出は磁気特性改善に非常に有効なものであることがわかった。さらに、Alの添加により、鋼溶製時から含有されている窒素が粗大なAlNを形成するため、鋼溶製時からの含有窒素によるCr含有窒化物析出も抑制する効果もみとめられた。これらの効果は、約0.1mass%以上の添加により得ることが出来る。

なお、過剰にAlを添加すると、電気抵抗を高めることができるという有利な面もあり、例えば特許文献1、特許文献2、特許文献3および特許文献4ではこの目的での添加を奨励している。しかし、磁束密度の低下がSiを添加した場合より大きい。高電気抵抗化はSiとCrの複合添加により達成可能であるので、高電気抵抗と高磁束密度の双方を満足させるという観点から、Al添加量は必要な範囲内で少ない方が好ましい。また、過剰なAlの添加は靱性劣化を招くことから、製造性の観点からもAl添加量は少ないほうが好ましい。これらの理由により、Al添加量の上限は約2mass%以下とする。上限値は2.0mass%としてもよい。以上により、Al添加量は約0.1～約2mass%とする。好ましくは約0.10～約1.0 mass%と規定する。

Mn：約1mass%以下およびP：約1mass%以下のいずれか1種または2種

MnおよびPは、添加することにより更に電気抵抗を高めることが可能で、この発明の趣旨を損なうことなく、更なる鉄損の改善が達成できる。よって、MnおよびPから選ばれる1種あるいは2種を必要に応じて添加することができる。しかし、これらの元素を大量に添加すると加工性が劣化するので、ともに約1mass%を上限とする(1.0mass%を上限としてもよい)。より好ましくは0.5 mass%以下がよい。なお、MnおよびPは微量の添加で効果が得られるから、とくに下限を設ける必要はなく、例えばMn：約0.04mass%以上およびP：約0.01mass%以上であれば十分である。

C：約0.006mass%以下

Cは、Fe—Cr—Si系電磁鋼板の靱性を劣化させるため、できる限り低減することが望ましく、この発明の成分範囲においてC量は約0.006mass%以下に抑える必要がある。

- 15 -

また、Cr含有炭化物などの析出物による履歴損を防止する観点からも、C量は約0.006mass%以下に抑える必要がある。なお、上限値は0.0060mass%としてもよい。より好ましい範囲は約0.0040%以下である。

Cは理論上は無添加でもよいが、現実には10ppm程度は残留するものと思われる。

なお、Cは目的の値の鋼塊を鑄造してもよいが、約0.006～約0.02mass%程度を含有する鋼塊を出発材とし、冷間圧延中の中間焼鈍、あるいは冷間圧延後の仕上げ焼鈍を脱炭焼鈍とするなどのC低減処理を加えても良い。

N：約0.002mass%以下（鋼中にAlを0.1mass%以上添加しない場合）、

約0.004mass%以下（鋼中にAlを0.1mass%以上添加する場合）

Nは、Crと非常に結びつきやすくCr含有窒化物を析出させる。よって、履歴損劣化の観点から、鋼中にAlを添加しない（ $Al < 0.1\text{mass}\%$ ）成分系をもつ電磁鋼板の場合には、N量は約0.002mass%以下に低減する必要がある。なお、上限値は0.0020mass%としてもよい。

一方、鋼中にAlを添加した（ $Al \geq 0.1\text{mass}\%$ ）成分系をもつ電磁鋼板の場合には、NはAlと結びつき、窒化および鋼中窒素によるCr含有窒化物の析出が抑制されるため、N量は約0.004mass%以下まで含有させることが可能となる。ただし、N量が多くなると靱性劣化を招くため、できるだけ低減することが好ましく、靱性劣化の観点からもN量は約0.004mass%以下に抑える必要がある。なお、上限値は0.0040mass%としてもよい。

Nは理論上は無添加でもよいが、現実には10ppm程度は残留するものと思われる。

S：約0.005mass%以下

Sは、MnS、CuS等の析出物を生成し、履歴損を劣化させるので履歴損改善の観点から、S量は約0.005 mass%以下に抑える必要がある。上限値は0.0050mass%としてもよい。より好ましい範囲は約0.0025%以下である。Sは理論上は無添加でもよいが、現実には5 ppm程度は残留するものと思われる。

Ti：約0.005mass%以下、Nb：約0.005mass%以下

TiおよびNbはいずれも、通常のCr含有鋼においては加工性改善成分と位置付けられ

ている。しかし、磁気特性を劣化させる成分である。この発明における加工性の改善は、Cr添加とCおよびNを低減させることで達成するため、TiおよびNbが有する加工性改善作用は必要としない。このため、Ti、Nbは磁気特性の観点からできるだけ低減するのが望ましく、その許容量はTi、Nb共に約0.005mass%以下に抑える必要がある。上限値は0.0050mass%としてもよい。より好ましい範囲はそれぞれ約0.0020%以下である。これらの元素は理論上は無添加（分析限界未満）でもよいが、現実には5 ppm程度は混入しているものと思われる。

なお、O、V、Cu等の不可避免の不純物についても、磁気特性および加工性の観点からできる限り低減することがより好ましい。これらはそれぞれ0.0050mass%以下、0.0050mass%以下、0.050mass%とすることが好ましい。

この他に不可避免の不純物としては、B、Ni、Zr、Ca、Mg等があげられる。Niは0.05mass%以下、その他の元素は0.0050mass%以下とすることが好ましい。

高周波特性を改善するためには、鋼の電気抵抗を高めることが非常に有効である。この発明では、鋼の電気抵抗が少なくとも約 $60 \mu \Omega \text{ cm}$ 以上が望ましい。 $60 \mu \Omega \text{ cm}$ 未満では、高周波磁気特性が十分に得られず、Crを積極的に添加しない従来の電磁鋼板によっても容易に達成可能だからである。なお、より好ましくは約 $70 \mu \Omega \text{ cm}$ 以上とする。

電気抵抗率は、主に鋼の成分組成により決定されるので、既知の各元素の影響を考慮して成分設計することや、簡単な調査により、目的の値とすることができる。

図5に示したように、良好な履歴損を得るためには、鋼板内部における 1 mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数を2500個以下に制御する必要がある。 $2500 \text{ 個}/\text{mm}^2$ を超えると履歴損が急激に劣化し、十分な高周波鉄損が得られない。

Cr含有窒化物の個数を $2500 \text{ 個}/\text{mm}^2$ 以下に制御するためには、窒化抑制元素であるSn、Sbまたは窒化物生成元素であるAlを添加し、さらに仕上げ焼鈍雰囲気中の非窒化ガスの比率を増大することによって達成される。もちろん、100%非窒化ガスの雰囲気でも達成されることは言うまでもない。

ここで、非窒化ガスとは、例えば H_2 ガスやArガス等であり、また現実的に使用され

得る窒化ガスは N_2 ガスや NH_3 ガス等である。

窒化抑制元素Sn、Sbも窒化物生成元素Alも添加されていない成分系に関しては、窒化ガスを含まない、非窒化ガス雰囲気下で焼鈍を行なうことが好適である。また、窒化ガスの比率を非常に低くすることによってもCr含有窒化物個数の低減は達成され得る。

次に、この発明の無方向性電磁鋼板の製造プロセスについて説明する。

まず、本請求範囲の成分を含有した溶鋼をスラブに鑄造し、スラブ加熱後、通常の熱間圧延を施す。スラブ加熱温度はとくには限定されないが、高温加熱ではスラブが垂れてしまうなど製造上の問題が発生してしまうため約950℃～約1200℃の範囲内とすることが好ましい。熱延板の厚みは極力薄くすることによって、次工程冷間圧延における圧延性を良好にすることができる。一方、薄くしすぎると圧延機的能力が追いつかず、また、熱延板形状が不良となることがあるので、約2.5mm～約0.5mmの範囲内とすることが好ましい。

次に、必要に応じて熱延板焼鈍を施してもよい。熱延板焼鈍は磁気特性を改善するのに有効であるが、800℃未満ではその効果は不十分であり、1200℃を超えると組織が粗大になりすぎて韌性に問題が生じるので、約800℃～約1200℃の温度範囲で施すことが好ましい。

得られた熱延鋼板に冷間圧延を施して最終板厚とする。ここで、冷間圧延は1回で最終板厚としてもよいが、2回以上にわけて、その間に中間焼鈍を施してもよい。中間焼鈍は磁気特性を改善するのに有効であり、鋼板の歪を除去し、その後の冷間圧延の負荷を低減する効果もある。しかし、歪が除去され再結晶が完了したあとは、鋼板の韌性を劣化させる。つまり、極めて高温で中間焼鈍を施すことはその効果を飽和させるだけでなく、粗大な結晶粒となり次工程の冷延性を低下させる。他方、低温すぎると磁気特性改善効果が不十分となる。したがって、中間焼鈍温度は700℃～1100℃の範囲内が好ましい。

なお、Cは低減すればするほど磁気特性改善および加工性改善に寄与するので、中間焼鈍を酸化性雰囲気にて行い、脱炭焼鈍としてもよい。

また、冷延工程は磁気測定改善効果が知られている約100℃～約300℃の温間圧延で行ってもよい。

なお、上記が代表的なプロセスであるが、これに限定されるものではなく、鑄造した鋼を最終的に冷間圧延あるいは温間圧延により、最終板厚に加工するプロセスを適切な条件で行えばよい。

冷間圧延（または温間圧延）された冷延鋼板には、その後仕上げ焼鈍を施して再結晶させる。仕上げ焼鈍は、連続焼鈍で行っても箱焼鈍で行っても良いが、連続焼鈍が好ましい。

仕上げ焼鈍プロセスにおいては、無方向性電磁鋼板では窒素ガスまたは窒素ガスを主成分として水素ガスを混合した還元性雰囲気一般在用いられている。

本発明の鋼においては、既に触れたように、仕上げ焼鈍における雰囲気管理が重要である。窒化を抑制してCr含有窒化物の析出個数を2500個/mm²以下に制御する為には、例えば、Arガス雰囲気などの窒化が起らない雰囲気中で焼鈍を行うことが好ましい。あるいは、窒化抑制元素であるSb、Snおよび/または窒化物生成元素であるAlを鋼板素材に添加するとともに、これらの添加量に合わせて窒化ガスの存在割合を適宜調節する。すなわち、本発明では、例えば窒素と水素ガスからなる雰囲気中の水素ガスの存在割合を増加させたり、窒素ガスの少なくとも一部をArガスなどの窒素ガス以外に置換して、Cr含有窒化物の析出量を2500個/mm²以下に制御する。とくに、窒化抑制元素Sn、Sbおよび窒化物生成元素Alを添加しない組成の鋼に関しては、焼鈍雰囲気に窒化ガスを全く用いないか、窒化ガスの比率を非常に低く低減するなどにより、Cr含有窒化物の析出量を2500個/mm²以下に制御する。

具体的には、上述した雰囲気制御にあたり、Al、Sb、Snを全く添加しない成分系に関しては、窒化ガスの含有量を、窒素ガス換算した全体積比（以後、単に全体積比という）で30%未満とする。また、それ以外の成分系に関しては窒化ガスの含有量を全体積比で95%未満に規定する。なお、窒化ガスの量が多すぎると窒化により析出物制御が困難になるだけでなく、鋼板表面が酸化し、その結果履歴損が劣化する。

ここで、窒化ガスは、次のようにして窒素ガス換算した全体積比を算出する。まず、各窒化ガスの化学組成から窒素Nの存在割合を原子数比率で求める。この比率に、各窒化ガスの体積割合を乗じ、その総和をとる。

例えば、 $N_2:NH_3:H_2=40:40:20$ の場合、 NH_3 は窒素1原子と水素3原子とからなるので、 NH_3 ガス中の窒素Nの存在割合は0.25である。したがって、窒素ガス換算した全体積比は、 $40\%+(40\%\times 0.25)=50\%$ となる。

なお、いうまでもなく、 N_2 ガスの場合は窒素Nの存在割合は1である。したがって、窒化ガスが窒素ガスのみである場合は、全雰囲気に対する窒素ガスの体積比が、前記の全体積比となる。

なお、窒化能は高温焼鈍の方が高く、雰囲気管理の効果は仕上げ焼鈍温度が $900^{\circ}C\sim 950^{\circ}C$ 程度よりも高い場合においてより顕著となる。前記の雰囲気制御は、各仕上げ焼鈍温度における窒化量の実績に基づいて適宜最適化して行なうことが好ましい。

例えば、仕上げ焼鈍温度が約 $700^{\circ}C\sim 950^{\circ}C$ 未満の領域では、窒化能はそれほど高くないため、Cr含有窒化物数を所定の値以下に低減するために、Sb, SnまたはAlの少なくともいずれかを添加した鋼に対して窒化ガスの全体積比を95%未満、Sb, SnおよびAlが無添加である鋼に対しては30%未満とすることが好ましい。

また、仕上げ焼鈍温度が $950^{\circ}C\sim$ 約 $1150^{\circ}C$ の領域では、窒化能が非常に高くなるため、低温焼鈍の場合よりも窒化ガスの全体積比を低くすることが好ましい。この場合は、Sb, SnまたはAlの少なくともいずれかを添加した鋼に対して窒化ガスの全体積比を約80%以下、Sb, SnおよびAlが無添加である鋼に対しては約15%以下とすることが好ましい。

なお、コストおよび作業性の観点からは、上記上限の範囲内で窒素ガスを適量含有させることが好ましい。Sb, SnまたはAlの少なくともいずれかを添加した鋼に対しては窒化ガスの全体積比が約60%以上となる程度に窒素ガスを含有せしめても問題なく、Sb, SnおよびAlが無添加である鋼に対しても窒化ガスの全体積比が約5%以上となる程度に窒素ガスを含有可能である。

この発明の鋼板においては、板厚を減じれば高周波磁気特性改善の効果が促進されるが、約400Hz以上の高周波数域で、この減厚の効果を格段に得るためには、板厚を約0.4mm以下にすることが望ましい。ただし、板厚を約0.01mmより薄くすると、製造コストが高くなるため、板厚の範囲は約0.01～約0.4mmとすることが好ましい。

〔実施例〕

(実施例 1)

表 3 に示す組成成分を含み、残部が Fe および不可避免の不純物からなる鋼を溶製し、1150℃ にてスラブ加熱した後、熱間圧延を行って全て板厚 2.0mm の熱延板とした。次いで、鋼 A～P、W に関しては 1000℃ にて熱延板焼鈍を施し、1 回冷延法にて最終仕上げ厚さ 0.25mm に仕上げた。一方、鋼 Q～V に関しては熱延板焼鈍を実施せず、冷間圧延途中で 900℃ にて中間焼鈍を行う 2 回冷延法にて最終仕上げ厚さ 0.15mm に仕上げた。その後、980～1040℃ で 10 秒の最終仕上げ焼鈍を施した。かくして得られた鋼板をエプスタイン試験片に切り出し、その磁気特性を評価した。測定は JIS C 2550 に従い実施した。

ここに、電気抵抗、製品の板厚、仕上げ焼鈍における雰囲気ガス、焼鈍温度、鉄損、焼鈍後の鋼板全体の窒化量、鋼板内部の窒化量および鋼板内部の含有窒素量、並びに Cr 含有窒化物の析出量をそれぞれ表 4 から表 7 にまとめて示す。

なお、鋼板内部の含有窒素量は、化学研磨によって鋼板表面表裏各 5 μm ずつ研磨した領域の含有窒素量のことを意味し、鋼板内部の窒化量は、仕上げ焼鈍前の鋼板全体の含有窒素量と仕上げ焼鈍後の鋼板内部の含有窒素量の差である。また、鋼板全体の窒化量は仕上げ焼鈍前の鋼板全体の含有窒素量と仕上げ焼鈍後の鋼板全体の含有窒素量の差である。窒素量は湿式化学分析により行った。Cr 含有窒化物の析出量は倍率 5000 倍の断面 SEM 像にて調査した。

表 3

成 分 組 成 (質量基準)													
鋼記号	C (ppm)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (ppm)	Al (%)	N (ppm)	O (ppm)	Sb (%)	Sn (%)	Ti (%)	Nb (%)	Cr (%)
A	13	3.0	0.01	0.002	10	0.005	14	18	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	0.001
B	18	2.96	0.02	0.002	10	0.55	11	15	0.03	≤0.001	≤0.001	≤0.001	0.001
C	15	3.35	0.01	0.002	10	0.005	16	11	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	3.01
D	11	3.48	0.01	0.002	10	0.004	48	17	≤0.001	0.08	≤0.001	≤0.001	2.95
E	9	3.2	0.01	0.001	10	0.005	8	10	0.045	≤0.001	≤0.001	≤0.001	3.0
F	11	3.3	0.01	0.1	15	0.005	9	18	≤0.001	0.065	≤0.001	≤0.001	2.98
G	18	2.9	0.02	0.001	10	0.55	28	14	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	3.2
H	18	3.1	0.3	0.002	10	0.98	21	16	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	3.05
I	20	3.4	0.02	0.001	10	0.35	27	18	≤0.001	0.01	≤0.001	≤0.001	3.0
J	16	3.0	0.02	0.001	10	0.65	19	15	0.02	0.03	≤0.001	≤0.001	3.04
K	21	3.0	0.01	0.002	10	0.005	14	16	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	4.5
L	18	3.1	0.01	0.001	10	0.005	5	14	0.05	≤0.001	≤0.001	≤0.001	4.45
M	12	3.05	0.01	0.001	15	0.44	53	14	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	4.4
N	25	4.05	0.3	0.1	10	0.5	20	10	≤0.001	0.05	≤0.001	≤0.001	3.05
O	19	3.4	0.02	0.001	15	0.35	14	18	0.04	≤0.001	≤0.001	≤0.001	4.1
P	10	3.1	0.02	0.001	15	0.7	17	13	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	4.49
Q	9	4.5	0.01	0.002	7	0.005	10	11	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	4.0
R	11	4.45	0.01	0.001	10	0.005	11	18	≤0.002	0.07	≤0.001	≤0.001	3.9
S	24	4.2	0.01	0.001	10	0.7	28	20	≤0.001	0.03	≤0.001	≤0.001	4.01
T	21	4.4	0.01	0.001	10	0.45	18	18	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	3.78
U	19	4.51	0.02	0.0015	7	0.55	18	13	0.03	0.02	≤0.001	≤0.001	3.6
V	7	5.6	0.01	0.001	15	0.005	6	20	0.05	0.03	≤0.001	≤0.001	5.5
W	20	3.3	0.01	0.002	19	0.3	50	21	0.01	≤0.001	≤0.001	≤0.001	3.1

表 4

鋼記 号	電気抵抗 ($\mu\Omega\text{cm}$)	板厚 (mm)	仕上焼鈍条件		鉄損 $W_{10/1k}$ (W/kg)	鋼板全体の窒 化量 (ppm)	鋼板内部の窒 化量 (ppm)	鋼板内部の含 有窒素量 (ppm)	Cr含有窒化物の 析出量 (個/ mm^2)	備考
			焼鈍雰囲気	焼鈍温度 ($^{\circ}\text{C}$)						
A	47.74	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	47.98	2	1	15	<100	比較例
B	51.66	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	46.23	5	2	13	<100	比較例
C	68.52	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	49.31	30	28	44	3.5×10^5	比較例
	68.52	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 : \text{Ar} = 10 : 50 : 40$	980	41.95	1	0	16	1200	発明例
	68.52	0.25	Ar	980	41.01	-11	-11	5	<100	発明例
D	69.62	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	48.26	3	0	48	4.2×10^5	比較例
E	66.78	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 25 : 75$	980	41.98	0	0	8	500	発明例
	66.78	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	42.05	2	1	9	800	発明例
	66.78	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 95 : 5$	980	47.85	15	14	22	7500	比較例
	66.78	0.25	Ar	980	41.89	1	0	8	<100	発明例
F	67.79	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 60 : 40$	980	41.49	2	0	9	900	発明例
	67.79	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	41.56	3	0	9	1000	発明例
	67.79	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 80 : 20$	980	41.76	4	2	11	1200	発明例
	67.79	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 95 : 5$	980	47.36	18	16	25	1.2×10^4	比較例
	67.79	0.25	N_2	980	47.85	20	19	28	2.2×10^4	比較例

表 5

鋼記 号	電気抵抗 ($\mu\Omega\text{cm}$)	板厚 (mm)	仕上焼鈍条件		鉄損 $W_{10/1k}$ (W/kg)	鋼板全体の窒 化量 (ppm)	鋼板内部の窒 化量 (ppm)	鋼板内部の含 有窒素量 (ppm)	Cr含有窒化物の 析出量 (個/ mm^2)	備考
			焼鈍雰囲気	焼鈍温度 ($^{\circ}\text{C}$)						
G	68.91	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 40 : 60$	980	41.58	20	0	28	600	発明例
	68.91	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	41.77	28	2	30	1200	発明例
	68.91	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 95 : 5$	980	47.27	30	15	43	6000	比較例
	68.91	0.25	Ar	980	40.55	1	0	28	<100	発明例
H	73.74	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 65 : 35$	980	38.95	30	3	24	<100	発明例
	73.74	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	39.05	31	3	24	<100	発明例
	73.74	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 : \text{Ar} = 60 : 20 : 20$	980	39.15	26	2	23	<100	発明例
	73.74	0.25	Ar	980	38.89	0	0	21	<100	発明例
	73.74	0.25	N_2	980	45.64	33	21	42	2.0×10^4	比較例
	71.78	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	39.56	5	1	28	<100	発明例
I	71.78	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 95 : 5$	980	45.59	23	15	42	7000	比較例
	71.78	0.25	N_2	980	45.92	28	20	47	1.5×10^4	比較例
	71.78	0.25	Ar	980	39.54	0	0	27	<100	発明例
	71.78	0.25	$\text{N}_2 : \text{NH}_3 = 40 : 60 *$	980	39.51	3	1	28	<100	発明例
	71.78	0.25	$\text{N}_2 : \text{NH}_3 = 94 : 6 **$	980	45.69	25	16	43	8000	比較例
	69.92	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	40.32	6	1	20	<100	発明例
J	69.92	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 80 : 20$	980	40.48	7	2	21	<100	発明例
	69.92	0.25	Ar	980	40.16	0	0	19	<100	発明例

*) 窒素ガス換算での全体積比=55%

**) 窒素ガス換算での全体積比=95.5%

表 6

鋼記 号	電気抵抗 ($\mu\Omega\text{cm}$)	板厚 (mm)	仕上焼鈍条件		鉄損 $W_{10/1k}$ (W/kg)	鋼板全体の窒 化量 (ppm)	鋼板内部の窒 化量 (ppm)	鋼板内部の含 有窒素量 (ppm)	Cr含有窒化物の 析出量 (個/ mm^2)	備考
			焼鈍雰囲気	焼鈍温度 ($^{\circ}\text{C}$)						
K	72.94	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 60 : 40$	980	49.99	40	38	52	1.2×10^6	比較例
	72.94	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	50.23	43	42	56	1.5×10^6	比較例
	72.94	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 : \text{Ar} = 5 : 40 : 55$	980	40.45	-2	-2	12	800	発明例
	72.94	0.25	Ar	980	39.66	-9	-9	5	<100	発明例
L	73.78	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	39.89	1	1	6	<100	発明例
	73.78	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 75 : 25$	980	39.93	2	1	6	<100	発明例
	73.78	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 : \text{Ar} = 65 : 10 : 25$	980	39.75	0	0	5	<100	発明例
	76.42	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	48.99	38	2	55	8.0×10^5	比較例
N	80.54	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	37.82	4	1	21	<100	発明例
	80.54	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 90 : 10$	980	37.96	5	5	25	<100	発明例
O	77.94	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 60 : 40$	980	38.48	3	0	14	<100	発明例
	77.94	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	38.54	4	0	14	<100	発明例
	77.94	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 : \text{Ar} = 40 : 40 : 20$	980	38.39	1	0	14	<100	発明例
	77.94	0.25	$\text{N}_2 : \text{NH}_3 : \text{H}_2 = 70 : 20 : 10^*$	980	38.61	4	1	15	<100	発明例
	77.94	0.25	NH_3 **	980	38.45	2	0	14	<100	発明例
	79.56	0.25	$\text{N}_2 : \text{H}_2 = 70 : 30$	980	37.95	35	3	20	<100	発明例
P	79.56	0.25	Ar	980	38.41	1	1	18	<100	発明例

*) 窒素換算での全体積比=75%

**) 窒素換算での全体積比=25%

表 7

鋼記 号	電気抵抗 ($\mu\Omega\text{cm}$)	板厚 (mm)	仕上焼鈍条件		鉄損 $W_{10/1k}$ (W/kg)	鋼板全体の窒 化量 (ppm)	鋼板内部の窒 化量 (ppm)	鋼板内部の窒 有窒素量 (ppm)	Cr含有窒化物の 析出量 (個/mm ²)	備考
			焼鈍雰囲気	焼鈍温度 (°C)						
Q	86.94	0.15	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	1040	37.03	48	47	57	1.5×10 ⁶	比較例
	86.94	0.15	N ₂ : H ₂ = 50 : 50	1040	36.28	40	40	50	1.0×10 ⁶	比較例
	86.94	0.15	N ₂ :H ₂ :Ar=5:40:55	1040	27.12	0	0	10	500	発明例
	86.94	0.15	Ar	1040	26.69	-5	-5	5	<100	発明例
R	85.82	0.15	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	1040	27.95	3	1	12	<100	発明例
	85.82	0.15	N ₂ : H ₂ = 95 : 5	1040	35.59	11	10	21	8000	比較例
	89.2	0.15	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	1040	26.84	7	2	30	<100	発明例
	89.2	0.15	N ₂	1040	34.25	19	15	43	1.2×10 ⁴	比較例
S	88.15	0.15	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	1040	27.12	39	3	21	<100	発明例
	88.15	0.15	Ar : H ₂ = 70 : 30	1040	27.04	1	0	18	<100	発明例
	89.17	0.15	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	1040	26.31	4	1	19	<100	発明例
	89.17	0.15	N ₂ : H ₂ = 80 : 20	1040	26.42	4	4	22	<100	発明例
U	89.17	0.15	H ₂	1040	26.22	0	0	18	<100	発明例
	107.66	0.15	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	1040	20.85	3	2	8	<100	発明例
	107.66	0.15	N ₂	1040	26.41	15	16	22	1.0×10 ⁴	比較例
	107.66	0.15	Ar	1040	20.23	1	1	7	<100	発明例
W	70.82	0.25	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	980	47.15	2	1	51	8.0×10 ⁴	比較例

Cr非添加鋼である鋼A、Bは電気抵抗が本発明の範囲外であるため鉄損の低減が不十分である。鋼中の窒素含有量が本発明範囲外である鋼D、M、Wは、Al、Sn、Sbを添加しても、Cr含有窒化物が析出し、鉄損が不十分である。

Al、SbおよびSnが非添加である鋼C、K、Qは、窒化ガスの比率（ここでは窒素分圧）を制御しない場合には、焼鈍時の窒化により、Cr含有窒化物が析出し、鉄損が不十分である。一方、焼鈍雰囲気をAr雰囲気にしたたり、低窒素雰囲気にしたたりするなどして窒素分圧を低く制御した場合には、Cr含有窒化物の析出が抑制され、良好な鉄損を示した。

Sn、Sbを一種類以上添加した鋼E、F、L、R、Vは、焼鈍雰囲気を本請求範囲内に制御した場合は、Cr含有窒化物の析出や鋼板の表面酸化が抑制され、良好な鉄損を示す。一方で、雰囲気制御を実施せず、高い窒素分圧で焼鈍を行なうと、Sn、Sb添加による窒化抑制効果が不十分で、Cr含有窒化物の析出量を本発明範囲内に抑制できず、鉄損が不十分であった。

SbおよびSn非添加でかつAl添加の鋼G、H、P、Tでは、窒化により最表層にAlNが形成されるため焼鈍後の窒素含有量は高くなるが、このAlNの形成により鋼板内部の窒素含有量が高くない。このため、Al添加に加えて焼鈍雰囲気を制御した場合、窒化が抑制され良好な鉄損を示した。一方、雰囲気制御を実施せず、高い窒素分圧で焼鈍を行なうと、Al添加による窒化抑制効果が不十分で、Cr含有窒化物の析出量を本発明範囲内に抑制できず、鉄損が不十分であった。

またSn、SbそしてAlを複合添加した鋼I、J、N、O、S、UではSn、Sb添加による窒化抑制とAl添加による鋼板表層でのAlN形成によって窒化によるCr含有窒化物の析出が抑制され、良好な磁気特性を示した。一方、雰囲気制御を実施せず、高い窒素分圧で焼鈍を行なうと、複合添加による窒化抑制効果が不十分で、Cr含有窒化物の析出量を本発明範囲内に抑制することができず、鉄損が不十分であった。

以上のSn、Sb、Alを一種類以上添加した鋼では当然のことながら、窒化が起らないAr雰囲気中などの100%非窒化雰囲気の焼鈍においても良好な鉄損を示した。

(実施例2)

表3に示す鋼Q、R、S、Tに関しては、実施例1と同様の方法で最終仕上げ厚さ

0.15mmとした後、900℃で10秒の最終仕上げ焼鈍を施し、より高周波域での鉄損を評価した。その測定結果を表8に示す。

表 8

鋼記号	電気抵抗 ($\mu\Omega\text{cm}$)	板厚 (mm)	仕上焼鈍条件		鉄損 $W_{0.5/20k}$ (W/kg)	Cr含有窒化物の析出量 (個/mm ²)	備考
			焼鈍雰囲気	焼鈍温度 (°C)			
Q	86.94	0.15	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	900	10.25	8×10 ⁵	比較例
	86.94	0.15	N ₂ : H ₂ = 20 : 80	900	8.76	1500	発明例
	86.94	0.15	Ar	900	8.42	< 100	発明例
R	85.82	0.15	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	900	8.64	< 100	発明例
	85.82	0.15	N ₂ : H ₂ = 85 : 15	900	8.68	< 100	発明例
	85.82	0.15	N ₂	900	9.75	7000	比較例
S	89.2	0.15	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	900	8.43	< 100	発明例
	89.2	0.15	N ₂ : H ₂ = 50 : 50	900	8.39	< 100	発明例
	89.2	0.15	H ₂	900	8.29	< 100	発明例
	89.2	0.15	N ₂ : H ₂ = 90 : 10	900	8.62	500	発明例
T	88.15	0.15	N ₂ : H ₂ = 70 : 30	900	8.55	< 100	発明例
	88.15	0.15	Ar	900	8.46	< 100	発明例
	88.15	0.15	N ₂	900	9.68	6000	比較例

実施例1と同様にAl、SbおよびSn非添加の鋼Qは、焼鈍雰囲気を制御しない場合には、焼鈍時の窒化により、Cr含有窒化物が析出し、鉄損が不十分である。一方、焼鈍雰囲気をAr雰囲気にしたり、低窒素雰囲気にするなどし、窒化を抑制するとCr含有窒化物の析出が抑制され、良好な鉄損を示した。Al、Sn、Sbを一種類以上添加している鋼R、S、Tも同様で、雰囲気制御せず、高い窒素分圧で焼鈍を行うと、Al、Sn、Sbによるの窒化抑制効果が不十分で、Cr含有窒化物の析出量を本発明範囲内に抑制することができず、鉄損が不十分であった。一方、焼鈍雰囲気を制御した場合には、窒化が抑制され、Cr含有窒化物の析出が本発明範囲内となり、良好な鉄損を示した。

- 28 -

発明の効果

以上述べたように、この発明の無方向性電磁鋼板は、優れた高周波磁気特性を有する。本発明の鋼板は、高周波域で使用される機器、例えば電気自動車用モータ、マイクロガスタービン用発電機および高周波リアクトル等に最適であり、その工業的価値は大きなものである。

請求の範囲

1. Si: 2.5 ~ 10mass%、Cr: 1.5 ~ 20mass%、C: 0.006mass%以下、N: 0.002mass%以下、S: 0.005mass%以下、Ti: 0.005mass%以下およびNb: 0.005mass%以下を含有し、残部がFeおよび不可避免の不純物からなり、鋼の電気抵抗が $60 \mu \Omega \text{cm}$ 以上、鋼板内部における 1mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数が2500個以下である、Fe—Cr—Si系無方向性電磁鋼板。
2. Si: 2.5 ~ 10mass%、Cr: 1.5 ~ 20mass%、C: 0.006mass%以下、N: 0.002mass%以下、S: 0.005mass%以下、Ti: 0.005mass%以下およびNb: 0.005mass%以下を含み、さらにSbおよびSnのいずれか1種または2種を、それぞれSb: 0.04超 ~ 1mass%およびSn: 0.06超 ~ 1mass%の範囲で含有し、残部がFeおよび不可避免の不純物からなり、鋼の電気抵抗が $60 \mu \Omega \text{cm}$ 以上、鋼板内部における 1mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数が2500個以下である、Fe—Cr—Si系無方向性電磁鋼板。
3. Si: 2.5 ~ 10mass%、Cr: 1.5 ~ 20mass%、Al: 0.1 ~ 2mass%、C: 0.006mass%以下、N: 0.004mass%以下、S: 0.005mass%以下、Ti: 0.005mass%以下およびNb: 0.005mass%以下を含有し、残部がFeおよび不可避免の不純物からなり、鋼の電気抵抗が $60 \mu \Omega \text{cm}$ 以上、鋼板内部における 1mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数が2500個以下である、Fe—Cr—Si系無方向性電磁鋼板。
4. Si: 2.5 ~ 10mass%、Cr: 1.5 ~ 20mass%、Al: 0.1 ~ 2mass%、C: 0.006mass%以下、N: 0.004mass%以下、S: 0.005mass%以下、Ti: 0.005mass%以下およびNb: 0.005mass%以下を含み、さらにSbおよびSnのいずれか1種または2種を、それぞれSb: 0.005 ~ 1mass%およびSn: 0.005 ~ 1mass%の範囲で含有し、残部がFeおよび不可避免の不純物からなり、鋼の電気抵抗が $60 \mu \Omega \text{cm}$ 以上、鋼板内部における 1mm^2 当たりのCr含有窒化物の個数が2500個以下である、Fe—Cr—Si系無方向性電磁鋼板。
5. 請求項1 ~ 4のいずれか1項において、さらにMn: 1mass%以下およびP: 1mass%以下のいずれか1種又は2種を含有する、Fe—Cr—Si系無方向性電磁鋼板。

6. Si : 2.5~10mass%、Cr : 1.5~20mass%の範囲で含有する溶鋼を鋳込み、冷間圧延（温間圧延を含む、以下同様）を含む圧延工程を施し、その後仕上げ焼鈍を施すにあたり、前記仕上げ焼鈍における雰囲気中の窒化ガスの含有量を、窒素ガス換算した全体積比で30%未満に抑制するFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板の製造方法。

7. Si : 2.5~10mass%、Cr : 1.5~20mass%を含有し、さらにSbおよびSnのいずれか1種または2種を、それぞれSb : 0.04超~1mass%およびSn : 0.06超~1mass%の範囲で含有する溶鋼を鋳込み、冷間圧延を含む圧延工程を施し、その後仕上げ焼鈍を施すにあたり、前記仕上げ焼鈍における雰囲気中の窒化ガスの含有量を、窒素ガス換算した全体積比で95%未満に抑制するFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板の製造方法。

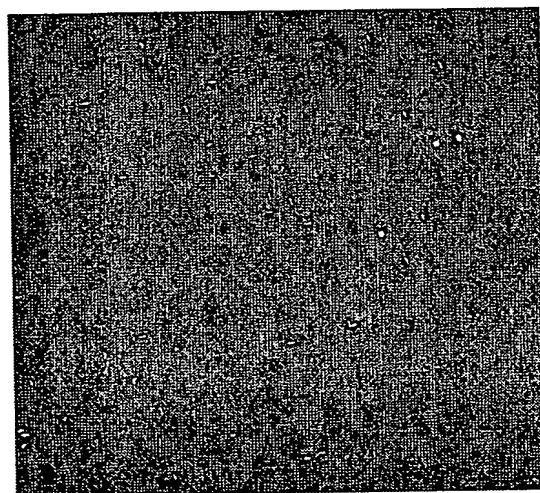
8. Si : 2.5~10mass%、Cr : 1.5~20mass%を含有し、さらにAl : 0.1~2mass%を含有する溶鋼を鋳込み、冷間圧延を含む圧延工程を施し、その後仕上げ焼鈍を施すにあたり、前記仕上げ焼鈍における雰囲気中の窒化ガスの含有量を、窒素ガス換算した全体積比で95%未満に抑制するFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板の製造方法。

9. Si : 2.5~10mass%、Cr : 1.5~20mass%を含有し、さらにAl : 0.1~2mass%を含有し、さらにSbおよびSnのいずれか1種または2種類を、それぞれSb : 0.005~1mass%およびSn : 0.005~1mass%の範囲で含有する溶鋼を鋳込み、冷間圧延を含む圧延工程を施し、その後仕上げ焼鈍を施すにあたり、前記仕上げ焼鈍における雰囲気中の窒化ガスの含有量を、窒素ガス換算した全体積比で95%未満に抑制するFe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板の製造方法。

10. 請求項6~9のいずれか1項において、前記圧延工程が、
鋳込まれた鋼スラブを熱間圧延し、
得られた熱延板に必要な応じて熱延板焼鈍を施し、
その後1回の冷間圧延を施すか、または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施す工程を含む、Fe-Cr-Si系無方向性電磁鋼板の製造方法

1 / 5

図 1



5μm

2 / 5

図 2

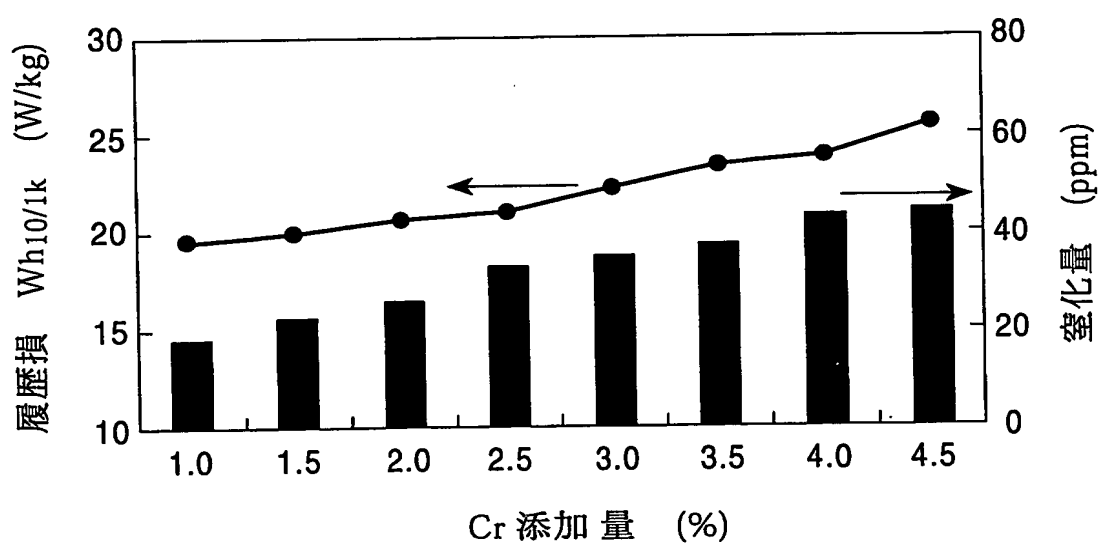
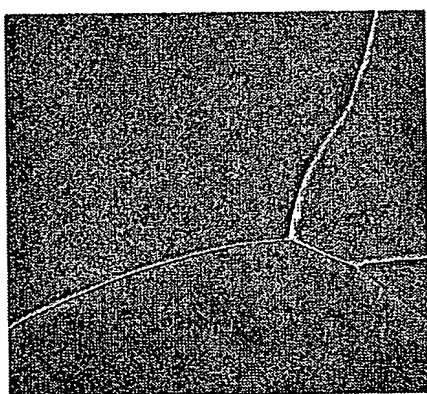
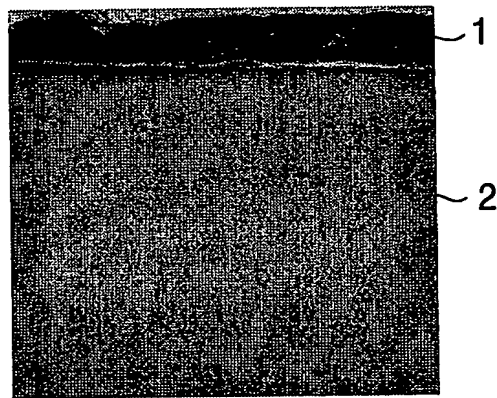


図 3A



5μm

図 3B



1μm

図 4A

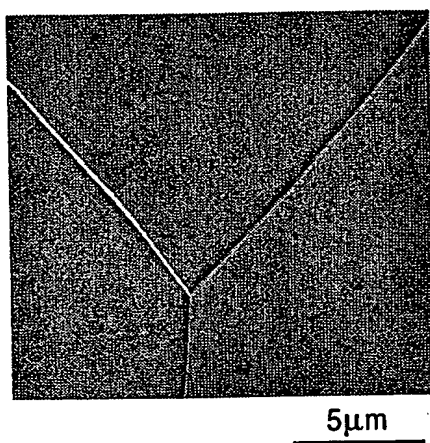
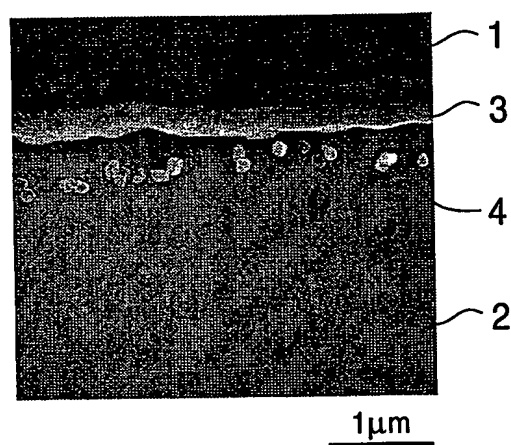
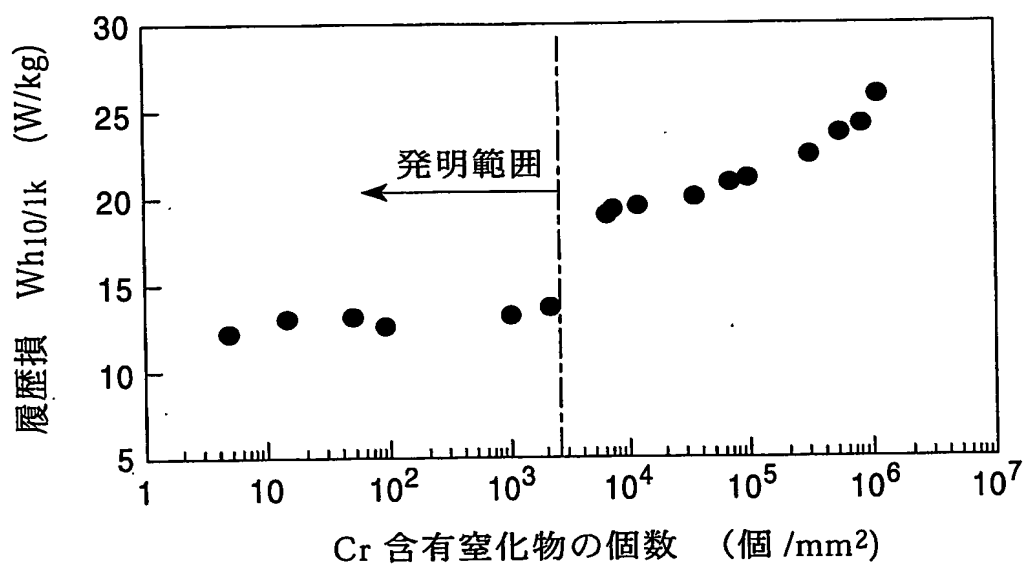


図 4B



5 / 5

図 5



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/16229

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C22C38/00, 38/34, 38/60, C21D9/46, H01F1/16

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C22C38/00-60, C21D8/12, 9/46, H01F1/16-18

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 11-229095 A (Nippon Steel Corp.), 24 August, 1999 (24.08.99), Par. No. [0032] (Family: none)	2-10
Y	JP 56-16623 A (Nippon Steel Corp.), 17 February, 1981 (17.02.81), Table 1 (Family: none)	2-10
A	JP 2001-223105 A (Kawasaki Steel Corp.), 17 August, 2001 (17.08.01), (Family: none)	1-10
A	JP 7-54044 A (Nippon Steel Corp.), 28 February, 1995 (28.02.95), (Family: none)	1-10



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Date of the actual completion of the international search
26 March, 2004 (26.03.04)

Date of mailing of the international search report
13 April, 2004 (13.04.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/16229

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-97558 A (Kawasaki Steel Corp.), 02 April, 2002 (02.04.02), (Family: none)	1-10
E,X	JP 2004-84031 A (JFE Steel Kabushiki Kaisha), 18 March, 2004 (18.03.04), Full text (Family: none)	2-10

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP03/16229

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl¹ C22C38/00, 38/34, 38/60, C21D9/46, H01F1/16

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl¹ C22C38/00-60, C21D8/12, 9/46, H01F1/16-18

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2004年

日本国登録実用新案公報 1994-2004年

日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリ*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 11-229095 A (新日本製鐵株式会社) 1999. 08. 24, 0032 (ファミリーなし)	2-10
Y	JP 56-16623 A (新日本製鐵株式会社) 1981. 02. 17, 第1表 (ファミリーなし)	2-10
A	JP 2001-223105 A (川崎製鐵株式会社) 2001. 08. 17 (ファミリーなし)	1-10

☒ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリ

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

26. 03. 2004

国際調査報告の発送日

13. 4. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

佐藤 陽一

4K

9731

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

C (続き) . 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 7-54044 A (新日本製鐵株式会社) 1995. 02. 28 (ファミリーなし)	1-10
A	JP 2002-97558 A (川崎製鐵株式会社) 2002. 04. 02 (ファミリーなし)	1-10
E, X	JP 2004-84031 A (JFEスチール株式会社) 2004. 03. 18, 全文 (ファミリーなし)	2-10

特許協力条約に基づく国際出願願書

原本(出願用) - 印刷日時 2003年12月15日 (15. 12. 2003) 月曜日 15時52分59秒

VIII-3-1	<p>先の出願の優先権を主張する国際出願日における出願人の資格に関する申立て</p> <p>出願人が優先権主張の基礎とされた先の出願の出願人と同一でない場合、又は先の出願の出願日以後に出願人の氏名又は名称が変更された場合において、以下の先の出願に基づく優先権を主張する国際出願日における出願人の資格に関する申立て (規則4.17(iii)及び51の2.1(a)(i)(ii))</p>	<p>本国際出願に関し、</p> <p>以下の事実により、 J F E スチール株式会社は 先の出願特願2002-371942に基づく優先権を主張する資格を有している。</p>
VIII-3-1 (viii)		<p>2003年04月01日 (01. 04. 2003) 付で、 出願人の氏名又は名称が 川崎製鉄株式会社から J F E スチール株式会社 に変更されたこと。</p>
VIII-3-1 (ix)	<p>本申立ては、次の指定国のため になされたものである。:</p>	<p>すべての指定国</p>